

**TRANSMITTAL LETTER
(General - Patent Pending)**

Docket No.
2668

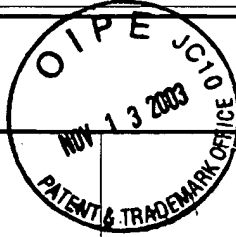
In Re Application Of: **BUELLESFELD**

Serial No.
10/614,449

Filing Date
07/07/2003

Examiner

Group Art Unit



Title: **DOUBLE CRUCIBLE FOR A GLASS...**

TO THE COMMISSIONER FOR PATENTS:

Transmitted herewith is:

CERTIFIED COPY OF THE PRIORITY DOCUMENT 102 29 942.0

in the above identified application.

- ☒ No additional fee is required.
- ☐ A check in the amount of _____ is attached.
- ☐ The Director is hereby authorized to charge and credit Deposit Account No. _____ as described below.
- ☐ Charge the amount of _____
- ☐ Credit any overpayment.
- ☐ Charge any additional fee required.

Signature

Dated: **NOV. 10, 2003**

I certify that this document and fee is being deposited on
NOV. 10, 2003 with the U.S. Postal Service as first
class mail under 37 C.F.R. 1.8 and is addressed to the
Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA
22313-1450.

Signature of Person Mailing Correspondence

MICHAEL J. STRIKER

Typed or Printed Name of Person Mailing Correspondence

CC:



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 102 29 942.0

Anmeldetag: 4. Juli 2002

Anmelder/Inhaber: Schott Glas, Mainz/DE

Bezeichnung: Doppeltiegel für Glas-Ziehverfahren und
Verfahren zum Herstellen von Glasfasern oder
zugehörigen Preformen mit dem Doppeltiegel

IPC: C 03 B 37/02

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der
ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 27. Juni 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

p1648

28. Juni 2002

wi/fri

GAIBFULASGWWPTVALL1201

Schott Glas

Hattenbergstraße 10

D-55122 Mainz

Doppeltiegel für Glas-Ziehverfahren und Verfahren zum Herstellen
von Glasfasern oder zugehörigen Preformen mit dem Doppeltiegel

Doppeltiegel für Glas-Ziehverfahren und Verfahren zum Herstellen von Glasfasern oder zugehörigen Preformen mit dem Doppeltiegel

Die Erfindung bezieht sich auf einen Doppeltiegel für Glas-Ziehverfahren mit einem beheizten Außentiegel und einem vom Außentiegel umgebenen Innentiegel, der separat vom Außentiegel beheizbar ausgebildet ist, wobei beide Tiegel eine Austrittsdüse für das zu ziehende Glas haben.

Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zum Herstellen von Glasfasern oder zugehörigen Preformen mit dem Doppeltiegel.

Glasfasern in Form von Kern-Mantel-Gläsern, d.h. Glasfasern, die einen inneren Kern aus einem ersten Glas und mindestens einen äußeren Mantel aus einem zweiten Glas besitzen, werden typischerweise aus einem coaxialen Doppeltiegel gezogen.

In dem äußeren Tiegel befindet sich dabei das Mantelglas, und in dem inneren Tiegel befindet sich das Kernglas.

Bei den bekannten Herstellungsverfahren werden typischerweise Doppeltiegel verwendet, bei denen der Außentiegel beheizbar ist.

Soll jedoch eine Glasfaser unter Verwendung eines Glaspaars, dessen Mantelglas, das sich im äußeren Tiegel befindet, eine niedrigere Viskosität als das Kernglas im Innentiegel aufweist, dann erweist sich die Kontrolle des Ziehprozesses als schwierig oder nicht möglich. Um eine vorgegebene Viskosität des Kernglases zu erreichen, müßte der äußere Tiegel so erwärmt werden, daß die Viskosität des Mantelglases zu gering sein würde.

Außerdem kann eine schlechte Wärmeleitung bzw. schlechte Transparenz bei Strahlungsbeheizung der Gläser im Außentiegel eine gute Durchwärmung des Inhaltes des Innentiegels erschweren.

Durch die DE 26 29 658 A ist auch ein Doppeltiegel mit einem beheizten Außentiegel und einem vom Außentiegel umgebenen Innentiegel bekannt geworden, bei dem der Innentiegel separat vom Außentiegel beheizbar ausgebildet ist. Durch die separate Beheizung des Innentiegels läßt sich das in ihm befindliche Kernglas unabhängig von der Beheizung der Mantelglases im Außentiegel auf eine höhere Temperatur bringen, und so eine niedrigere Viskosität des Kernglases angepaßt an die Viskosität des Mantelglases, einstellen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ausgehend von dem eingangs bezeichneten Doppeltiegel diesen so auszubilden bzw. das eingangs bezeichnete Verfahren so zu führen, daß Glasfasern aus insbesondere Schwermetalloxidgläsern (sog. HMO-Gläser) mit hoher Qualität und relativ einfachen Mitteln herstellbar sind.

Die Lösung dieser Aufgabe gelingt durch einen Doppeltiegel für Glasziehverfahren mit einem beheizten Außentiegel und einem vom Außentiegel umgebenden Innentiegel, der separat vom Außentiegel beheizbar ist, wobei beide Tiegel eine Austrittsdüse für das zu ziehende Glas haben, der gemäß der Erfindung so ausgebildet ist, daß die Austrittsdüse des Innentiegels gegenüber der Austrittsdüse des Außentiegels um ein vorgegebenes Maß hervorragt und die mit dem Glas in Kontakt stehenden Oberflächen der Düsen des Doppeltiegels poliert sind, sowie aus einem Material bestehen, die auf Schwermetalloxidgläsern in der Schmelze allenfalls gering reduzierend einwirken und die eine ausreichende mechanische Festigkeit und chemische Inertheit gegenüber Schwermetalloxidgläsern haben.

Die gegenüber dem Außentiegel hervorragende Düse des Innentiegels stabilisiert mit Vorteil das Glas mit steiler Viskositätskurve.

Die polierten, insbesondere feuerpolierten Oberflächen des Doppeltiegels sowie der gezogenen Preform führen zu guter mechanischer Stabilität der Glasfaser und geringer Rückstreuung des Kern-Lichtes bzw. von Licht des ersten Mantels, wenn dieser mittels eines feuerpolierten Rohres mit einem zweiten Mantel umgeben wird. Auch ein Polieren durch Schleifen ist denkbar.

Das spezielle Material, aus dem die Doppeltiegel, zumindest ihre Kontaktflächen mit der Glasschmelze, bestehen, erlauben es, daß die eingangs erwähnten HMO-Gläser für die Glasfaser-Herstellung verwendet werden können.

Vorzugsweise besteht das Tiegelmateriale aus einer Platin/Iridium-Legierung oder aus Gold bzw. einer Gold enthaltenden Legierung. Beide Materialien üben einen sehr geringen reduzierenden Einfluß auf HMO-Gläser aus. Gerade die Verwendung von goldhaltigem Tiegelmateriale, insbesondere Pt5Au, in Verbindung mit dem Ziehen von Glasfasern aus HMO-Glas, vorzugsweise Bismutoxid-haltigem Glas, bewirkt mit Vorteil eine niedrigere Dämpfung der Faser und eine ausreichende mechanische Stabilität des Faseraufbaues.

Der erfindungsgemäße Doppeltiegel kann dabei sowohl zur Herstellung von Vorformlingen von Glasfasern als auch zum direkten Ziehen der fertigen Glasfasern dienen. Unter einem Vorformling bzw. einer "Preform" versteht man eine Roh-Glasfaser bestehend aus einem Kern und einem oder mehreren Mänteln, welche schon den Schichtaufbau der späteren Glasfaser aufweist und zu einer typischen Glasfaser ausgezogen werden kann.

Ein besonders einfacher Aufbau sowie eine einfache, wirksame Beheizung des Doppeltiegels ist gemäß einer Ausgestaltung der Erfindung gegeben, wenn der

Außentiegel aus einem elektrisch isolierendem Material und der Innentiegel aus einem elektrisch leitfähigen, durch elektromagnetische Felder aufheizbarem Material besteht.

Mittels einer einfachen Spulenanordnung läßt sich dann die Tiegelwandung des Innentiegels mit einem MF/HF-Feld aufheizen, die auf der Innenseite den Inhalt des Innentiegels und auf der nach außen gewandten Seite den Inhalt des Außentiegels erwärmt.

Das isolierende Material des Außentiegels ist vorzugsweise ein keramisches Material, z.B. Al_2O_3 , ZrO_2 oder Quarzal bzw. ein Quarzglas. Das elektrisch leitfähige Material des Innentiegels ist vorzugsweise eine Platin/Iridium- oder Platin/Gold-Legierung.

Gemäß einer alternativen Ausführungsform des Doppeltiegels kann dieser gemäß einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung so aufgebaut sein, daß der Außentiegel zumindest teilweise aus einem elektrisch leitfähigem Material und der Innentiegel ebenfalls aus einem elektrisch leitfähigem Material besteht.

Auch bei einer derartigen Anordnung ist eine einfache und wirksame Beheizung des Innentiegels mittels eines MF/HF-Feldes möglich, wobei das Feld auch in dem Außentiegel, wenn auch im geringeren Umfang, Wirbelströme und damit eine zusätzliche Erwärmung des Außentiegels bewirkt.

Bei der vorgenannten alternativen Ausführungsform sind verschiedene Ausgestaltungen des Außentiegels denkbar, die bewirken sollen, daß das MF/HF-Feld die Wandung des Außentiegels möglichst durchdringt und überwiegend in der Wandung des Innentiegels Wirbelströme erzeugt. So ist denkbar, daß der Außentiegel durch einen geschlitzten Edelmetalltiegel gebildet

ist. Die Ausführung kann auch so getroffen sein, daß der Außentiegel durch einen Quarzglasiegel mit dünner Edelmetallschicht gebildet ist.

Der Doppeltiegel kann dabei auch so aufgebaut sein, daß der Außentiegel durch einen gekühlten Skull-Tiegel mit einer Palisade von Edelmetall-Rohren gebildet ist.

Bei all diesen Alternativen des Außentiegels ist das Edelmetall vorzugsweise eines der vorgenannten Metalle bzw. Metalllegierungen.

Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung ist ein vorteilhafter Aufbau der vorgenannten alternativen Ausführungsform des Doppeltiegels, bei der der Außentiegel zumindest teilweise aus einem elektrisch leitfähigem Material und der Innentiegel ebenfalls aus einem elektrisch leitfähigem Material besteht, gegeben mit einem Außentiegel mit geschlossenem Mantel aus elektrisch leitfähigem Material, dem eine MF/HF-Spule zur Beheizung zugeordnet ist, und mit einem koaxial doppelwandigen Innentiegel, der an eine Stromquelle anschließbar ist.

Bei dieser Weiterbildung ist der Außentiegel separat beheizbar, und der Innentiegel kann über Joulsche Wärme durch Stromfluß in den beiden Wandteilen separat zum Außentiegel erwärmt werden. Dadurch ist eine besonders wirksame Abstimmung der Beheizung der beiden Tiegel im Hinblick auf die Viskosität der Gläser möglich.

Bei dieser Weiterbildung ist die Anordnung vorteilhafterweise so getroffen, daß der Zwischenraum zwischen der leitenden Innenwand und der leitenden Außenwand mit isolierendem Material ausgefüllt ist.

Dieses Material verhindert Kurzschlüsse zwischen den Wandteilen und trennt die beiden Gläser thermisch.

Ein weiterer besonderer Vorteil dieser Weiterbildung liegt darin, daß die Heizleistung der Innen- bzw. Außenwand durch unterschiedliche Wandstärken variierbar ist. Durch eine geeignete Wahl der Wandstärken der leitenden Innen- bzw. Außenwand läßt sich daher auf einfache Weise die Heizleistung im Innen- bzw. Außentiegel einstellen. Außerdem läßt sich über eine unterschiedlich starke Innenwand ein Temperaturverlauf im Innentiegel einstellen, der für das Ziehen vorteilhaft ist.

Dabei kann die Leistung, d.h. der Stromfluß der Stromquelle auch hinsichtlich der Vorgabe einer bestimmten Temperatur im Innentiegel geregelt werden. Dazu ist die Anordnung zweckmäßig so getroffen, daß in dem Zwischenraum zwischen der leitenden Innenwand und der leitenden Außenwand ein Temperatur-Sensor angeordnet ist. Das Ausgangssignal dieses Temperatur-Sensors, der insbesondere durch ein Thermoelement gebildet wird, dient dann als Istwert-Temperatursignal für den vorgenannten Regler.

Hinsichtlich des Verfahrens zum Herstellen von Glasfasern oder Preformen von Glasfasern, bestehend aus einem Kern und mindestens einem Mantel mit erfindungsgemäßen Doppeltiegel wird die Aufgabe erfindungsgemäß gelöst mit den Schritten:

- Erschmelzen von Bismutoxid-Glas für das Kernglas der Glasfaser und das Mantelglas in separaten Goldtiegeln aus einem Gemenge in einem Vorschmelzschritt,
- Bubbeln der Schmelze mit Sauerstoff,
- Umgießen der Schmelzen in den vorgeheizten Doppeltiegel, mit der Schmelze des Kernglases in den Innentiegel und der Schmelze des Mantelglases in den Außentiegel,

- Halten der Schmelzen für eine vorgegebene Zeit auf einer vorgegebenen Temperatur unter Sauerstoff-Bubbling,
- Erhöhen der Temperatur und Läutern der Schmelze mit übergeleitetem Sauerstoff,
- Abtempern der Schmelzen auf die Glas-Ziehtemperatur und
- Ziehen der Glasfaser oder der Preform.

Anhand von in den Zeichnungen dargestellten Ausführungsformen wird die Erfindung näher erläutert. Dabei werden auch weitere Ausgestaltungen der Erfindung deutlich.

- Figur 1 in einer schematischen Längsschnitt-Darstellung den Aufbau eines Doppeltiegels mit einem Außentiegel aus isolierendem Material und einem Innentiegel aus leitfähigem Material, das durch ein MF/HF-Feld beheizbar ist,
- Figur 2 eine Variante des Doppeltiegels nach Figur 1 mit einem Außentiegel in Form eines Skull-Tiegels, mit einer Draufsicht-Darstellung im Figurenteil A und einem Längsschnitt im Figurenteil B,
- Figur 3 eine Ausführungsform des Doppeltiegels mit einem Außentiegel aus leitfähigem Material, der mittels eines MF/HF-Feldes beheizbar ist und einem doppelwandigen, leitfähigen Innentiegel, der mittels direktem Stromfluß beheizbar ist,
- Figur 4 einen vergrößerten Ausschnitt aus Figur 2 unter näherer Darstellung der Doppelwandung des Innentiegels, und

Figur 5 die zeitliche Temperaturführung im Doppeltiegel beim Ziehen von Glasfasern.

Die Figur 1 zeigt in einer schematischen Längsschnitt-Darstellung eine erste Ausführungsform der Erfindung mit einem Außentiegel 1 aus elektrisch isolierendem Träger-Material, beispielsweise aus einem keramischen Material wie Al_2O_3 , ZrO_2 oder Quarzal bzw. Quarz, und einem koaxial darin angeordneten Innentiegel 2 aus leitfähigem Material.

In dem Außentiegel 1 befindet sich beispielsweise im Fall des Ziehens von Glasfasern in Pfeilrichtung das Mantelglas, wogegen sich im Innentiegel 2 das Kernglas befindet.

Zur Beheizung des Innentiegels 2 ist eine den Doppeltiegel koaxial umschließende Spulenordnung 3 vorgesehen, die angeschlossen an einen Mittelfrequenz-Generator, ein Mittelfrequenzfeld erzeugt, das wiederum im Material des Innentiegels 2 Wirbelströme induziert und dabei mit der Innenseite den Tiegelinhalt und mit der äußeren Seite zugleich den Inhalt des Außentiegels erwärmt. Das Mittelfrequenzfeld durchdringt dabei das nichtleitende Material des Außentiegels 2.

Gemäß einer alternativen Ausführungsform des Doppeltiegels nach Figur 1 kann dieser so aufgebaut sein, daß auch der Außentiegel zumindest teilweise aus einem elektrisch leitfähigem Material besteht. Auch bei einer derartigen Anordnung ist eine einfache und wirksame Beheizung des Innentiegels mittels eines MF/HF-Feldes möglich, wobei das Feld auch in dem Außentiegel, wenn auch im geringeren Umfang, Wirbelströme und damit eine zusätzliche Erwärmung des Außentiegels bewirkt.

Bei der vorgenannten alternativen Ausführungsform sind verschiedene Ausgestaltungen des Außentiegels denkbar, die bewirken sollen, daß das

MF/HF-Feld die Wandung des Außentiegels möglichst durchdringt und überwiegend in der Wandung des Innentiegels Wirbelströme erzeugt. So ist denkbar, daß der Außentiegel durch einen geschlitzten Edelmetalltiegel gebildet ist. Die Ausführung kann auch so getroffen sein, daß der Außentiegel durch einen Quarzglasziegel mit dünner Edelmetallschicht gebildet ist.

Zur Steuerung des Prozesses des Ziehens von Glasfasern mit einem inneren Kern und einem äußeren Mantel ist es dabei notwendig, den Innentiegel in den drei Achsen X, Y, Z verstellen zu können. Die Bezugsziffer 4 kennzeichnet den notwendigen, schematisch angedeuteten Verschiebemechanismus.

Durch die separate Beheizbarkeit des Innentiegels 2 kann das in ihm befindliche Glas auf eine höhere Temperatur und damit auf eine niedrigere Viskosität gegenüber einem Doppeltiegel gemäß dem Stand der Technik, bei dem nur der Außentiegel beheizbar ist, gebracht werden.

Die Figur 2 zeigt in einer Draufsicht-Darstellung im Figurenteil A und einer Schnittdarstellung im Figurenteil B analog Figur 1 eine zweite Ausführungsform des erfindungsgemäßen Doppeltiegels. Diese Ausführungsform weist zum einen einen Außentiegel in Form eines sogenannten Skultiegels 1', der aus einzelnen wassergekühlten, elektrisch leitfähigen Rohren 5 in Form einer Palisade (s. Figur 2A) besteht, und zum anderen, wie bei der Ausführungsform nach Figur 1, einen Innentiegel 2 aus leitfähigem Material auf. Die Erwärmung des Innentiegels 2 erfolgt ebenfalls über im Material des Innentiegels erzeugte Wirbelströme. Das dazu notwendige elektromagnetische Feld wird, wie bei der Ausführung nach Figur 1, durch die Spulenordnung 3 bereitgestellt und durchdringt dabei die Rohr-Palisaden des Außentiegels 1. Die heiße Innentiegelwand erwärmt zugleich den Außentiegel-Inhalt.

Die Figur 3 in Verbindung mit einer Ausschnitt-Vergrößerung nach Figur 4 zeigt eine dritte bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Doppeltiegels. Diese Ausführungsform besitzt einen Außentiegel 1" aus leitfähigem Material mit einem Innentiegel 2 aus leitfähigem Material, bestehend aus einem Innenleiter 2" und einem Außenleiter 2', die coaxial zueinander angeordnet sind und die an eine Stromquelle 6 angeschlossen sind. Die Erwärmung des Innentiegels 2 erfolgt somit über direkten Stromfluß. Zur Erwärmung des Außentiegels 1" dient die Mittelfrequenz-Spule 3, die in dem leitenden Material des Außentiegels Wirbelströme erzeugt.

Zur Regelung der Temperatur im Innentiegel 2 ist ein Temperatur-Regler 7 vorgesehen, der eingangsseitig ein Temperatur-Istwertsignal eines Thermoelements 8, das im Raum zwischen den Leitern 2', 2", der vorzugsweise mit einem nichtleitenden Material ausgefüllt ist, angeordnet ist, erhält, und der ausgangsseitig auf die Stromquelle 6 geschaltet ist.

Durch geeignete Wahl der Wandstärken des Innenleiters 2" bzw. des Außenleiters 2' läßt sich die Heizleistung im Innentiegel und auch im Außentiegel einstellen.

Allen Ausführungsformen ist das Merkmal gemeinsam, daß die Austrittsdüse des Innentiegels gegenüber dem Außentiegel hervorragt. Dadurch wird beim Ziehen des Glases erreicht, daß sich das Glas mit steiler Viskositätskurve stabilisiert.

Ferner ist allen Ausführungsformen gemeinsam, daß die Oberflächen der Düsen des Doppeltiegels, die mit dem Glas in Berührung stehen, poliert, insbesondere feuerpoliert sind. Dies führt zu einer sehr guten Rundheit des Kernes und des Mantels. Dies ist für eine kleine Polarisations-Moden-Dispersion und gute Ankopplung der Faser wichtig. Die feuerpolierten Oberflächen des Doppeltiegels führen zudem zu guter mechanischer Stabilität

der gezogenen Glasfaser und geringer Rückstreuung des Kernlichtes bzw. vom Licht des ersten Mantels, wenn dieser mittels eines innen feuerpolierten Rohres mit einem zweiten Mantel umgeben wird (nicht dargestellt).

Der erfindungsgemäße Doppeltiegel wird vorzugsweise zum Ziehen von Glasfasern aus Schwermetalloxidgläsern, sogenannten HMO-Gläsern (heavy metal oxid) eingesetzt, zu denen auch Bismutoxid-haltige Gläser gehören. Diese Gläser zeichnen sich gegenüber SiO_2 -Gläsern durch eine deutlich breitbandigere Emission seltener Erden-Ionen aus, was zu höheren Übertragungsleistungen führt.

Auf der anderen Seite weisen z.B. die Bismutoxid-haltigen Gläser den Nachteil auf, daß Bismutoxid unter den drastischen Bedingungen der Schmelze durch andere Komponenten reduziert werden kann und das ausfallende elementare Bismut die optischen Eigenschaften, insbesondere die Transparenz des Glases nachteilig beeinträchtigt.

Es kommt daher dem Tiegelmaterial eine besondere Bedeutung bei.

Da Platin eine ungünstige Wechselwirkung mit dem Bismutoxid-haltigen Glas zeigt, ist es von Vorteil, anstelle eines Platintiegels bei relativ niedriger Schmelztemperatur von höchstens 1000°C , einen Goldtiegel zu verwenden. Da jedoch Gold bei dieser Temperatur aufgrund der Nähe zum Schmelzpunkt verglichen mit Platin zwar noch formstabil, jedoch weicher ist, können auch mit Gold beschichtete Platintiegel verwendet werden. Dadurch wird der direkte Kontakt der Schmelze mit dem Platin vermieden, gleichzeitig jedoch die Goldauflage mechanisch durch die darunterliegende Platinschicht gestützt. Eine solche Goldbeschichtung kann beispielsweise durch Aufwalzen einer Goldfolie auf Platin, elektrochemische Abscheidung oder andere im Stand der Technik bekannte Verfahren erfolgen. Weiterhin eignen sich als ein solches resistentes Tiegelmaterial überraschenderweise auch Pt/Au-Legierungen, wobei bereits ein

Anteil von beispielsweise 5 Gew.-%, vorzugsweise 10 Gew.-% Gold im Platin ausreicht, um eine Korrosion des Tiegelmaterials deutlich zu verringern bzw. sogar ganz zu verhindern. Beispielsweise enthält ein Tiegel mit einem Au/Pt-Verhältnis von 95/5 nur geringe Mengen an Platin, ist jedoch bis zu einer Temperatur von etwa 1200°C einsetzbar. Auch eine Pt/Ir-Legierung hat sich als vorteilhaftes Tiegelmateriale gezeigt.

Es hat sich weiterhin gezeigt, daß die gerade die Verwendung von Pt5Au als Tiegelmateriale beim Ziehen von Glasfasern aus HMO-Glas eine niedrige Dämpfung der Glasfaser und eine ausreichende mechanische Stabilität des Aufbaues der Faser bewirkt.

Anhand von vier Ausführungsbeispielen soll nunmehr das Verfahren zum Herstellen von Glasfasern mit dem in Figur 1 dargestellten Doppeltiegel näher beschrieben werden.

Ausführungsbeispiel 1

Der Außentiegel 1 hat eine Höhe von 250 mm und einen Durchmesser von 150 mm, die Düse 1a des Außentiegels hat eine Länge von 45 mm und einen Durchmesser von 30 mm. Der Innentiegel 2 hat eine Höhe von 500 mm und einen Durchmesser von 40 mm und ist so befestigt, daß seine Düse 2a aus der Düse 1a des Außentiegels 1 herausragt. Die Düse 2a hat eine Länge von 60 mm und einen Durchmesser von 4 mm. Beide Tiegel bestehen aus Pt/Ir oder Pt5Au.

In einem separaten Vorschmelzschritt werden in einem Au-Tiegel bei ca. 950°C ca. 4l eines Bi-oxid Mantelglases und 1/2 l des ebenfalls Bi-oxid Kernglases werden aus dem Gemenge in einem Au Tiegel erschmolzen. Dabei werden die Schmelzen mit getrocknetem Sauerstoff intensiv gebubbelt, um eine Reduktion des Bi zu verhindern. Zusätzlich verhindert das Bubbling ein

gravitatives Entmischen der leichten und schweren Gemengebestandteile und sorgt für eine gute Durchmischung. Ferner kann ein Au-Rührer eingesetzt werden.

Die Schmelzen werden in den durch Einkoppeln von MF-Energie vorgeheizten Doppeltiegel umgegossen und dort bei einer Temperatur von ca. 650°C mit Sauerstoffbubbling über einige Stunden gehalten. Nun wird, wie in Figur 5 dargestellt, die Temperatur auf 820°C erhöht und nach $1/2$ h mit übergeleitetem Sauerstoff geläutert. Dem Läutern folgt das Abtempern auf die Ziehtemperatur von ca. 520°C wie in Figur 5 dargestellt.

Nun wird mit dem Ziehen der Preformen begonnen. Der genauen Temperaturkonstanz kommt dabei aufgrund der steilen Viskositätskurve eine besondere Bedeutung zu. Temperaturschwankungen von einigen $^{\circ}\text{C}$ machen sich in der Geometrie der gezogenen Preform bemerkbar.

Über die Position des Innentiegels läßt sich die Zentrizität des Kerns und das Kern/Mantelverhältnis einstellen. Mit den o.a Geometrien ergibt sich ein Kern-Mantel Verhältnis von 1:10 bei einem Außendurchmesser von 1,2 mm.

In einem separaten Schritt werden Mantelrohre aus Bi-Oxidglas für die im Doppeltiegel hergestellten Preformen nach der down-draw Methode aus einem 4 l Ablauftiegel gezogen. Das dazu benötigte Glas wird ebenfalls in einem separaten Schritt in einem Au Tiegel mit intensivem Sauerstoffbubbling vorgeschmolzen und in den Ziehtiegel umgegossen. Dabei werden Rohre mit feuerpolierten Oberflächen einem Außendurchmesser von 6 mm und einer Wanddicke von 2,2 mm hergestellt, so daß sich eine Faser mit folgenden Abmessungen ergibt: Kern: $3\text{ }\mu\text{m}$, Mantel $1:30\text{ }\mu\text{m}$ bei einem Faseraußendurchmesser von $125\text{ }\mu\text{m}$.

Ausführungsbeispiel 2

Wie 1: Durch die Verwendung von nanoskaligen Rohstoffen wird eine gute Auflösung der Komponenten in der BiO-Matrix erreicht. Dadurch kann die Aufschmelztemperatur und so die Bildung von elementarem Bi reduziert werden.

Ausführungsbeispiel 3

Wie 1: Die Rohstoffe werden in geeigneter Zusammensetzung gemischt und in einem ersten Schritt bei 600°C gebrannt, daß eine Vorreaktion stattfindet. Dadurch kann die Aufschmelztemperatur und so die Bildung von elementarem Bi reduziert werden.

Ausführungsbeispiel 4

Wie 1 nur mit folgender Regelung: Messung des Durchmessers der Kern/Mantelpreform und Regelung der Ziehgeschwindigkeit mit kurzer Zeitkonstante in den Grenzen von 6 cm/min, jedoch Regelung der Tiegeltemperatur mit langer Zeitkonstante.

Patentansprüche

1. Doppeltiegel für Glas-Ziehverfahren mit einem beheizten Außentiegel (1) und einem vom Außentiegel (1) umgebenen Innentiegel (2), der separat vom Außentiegel (1) beheizbar ausgebildet ist, wobei beide Tiegel (1, 2) eine Austrittsdüse für das zu ziehende Glas haben, dadurch gekennzeichnet, daß die Austrittsdüse (2a) des Innentiegels (2) gegenüber der Austrittsdüse (1a) des Außentiegels (1) um ein vorgegebenes Maß hervorragt und die mit dem Glas in Kontakt stehenden Oberflächen der Düsen des Doppeltiegels poliert sind sowie aus einem Material bestehen, die auf Schwermetalloxidgläser in der Schmelze allenfalls gering reduzierend einwirken und die eine ausreichende mechanische Festigkeit und chemische Inertheit gegenüber Schwermetalloxidgläsern haben.
2. Doppeltiegel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Tiegelmaterial aus einer Platin/Iridium-Legierung besteht.
3. Doppeltiegel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zumindest die Glaskontaktflächen des Doppeltiegels aus Gold oder einer Gold enthaltenden Legierung bestehen.
4. Doppeltiegel nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Gold enthaltende Legierung eine Platin/Gold-Legierung mit einem Goldanteil von ca. 5 Gew.-% ist.
5. Doppeltiegel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Außentiegel (1) aus einem elektrisch isolierendem Material und der Innentiegel (2) aus einem elektrisch leitfähigem, durch elektromagnetische Felder aufheizbarem Material besteht.

6. Doppeltiegel nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß das elektrisch isolierende Material ein keramisches Material ist.
7. Doppeltiegel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Außentiegel (1', 1'') zumindest teilweise aus einem elektrisch leitfähigem Material und der Innentiegel (2) ebenfalls aus einem elektrisch leitfähigem Material besteht.
8. Doppeltiegel nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Außentiegel durch einen geschlitzten Metalltiegel gebildet ist.
9. Doppeltiegel nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Außentiegel durch einen Quarzglasiegel mit dünner metallischer Schicht gebildet ist.
10. Doppeltiegel nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Außentiegel durch einen gekühlten Skull-Tiegel (1') mit einer Palisade von metallischen Rohren gebildet ist.
11. Doppeltiegel nach Anspruch 7 mit einem Außentiegel (1') mit geschlossenem Mantel aus elektrisch leitfähigem Material, dem eine MF/HF-Spule zur Beheizung zugeordnet ist, und mit einem koaxial doppelwandigen Innentiegel (2), der an eine Stromquelle (6) anschließbar ist.
12. Doppeltiegel nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Zwischenraum zwischen der leitenden Innenwand (2'') und der leitenden Außenwand (2') mit isolierendem Material ausgefüllt ist.

13. Doppeltiegel nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Heizleistung der Innen- bzw. Außenwand (2', 2'') durch unterschiedliche Wandstärken variierbar ist.
14. Doppeltiegel nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Zwischenraum zwischen der leitenden Innenwand (2'') und der leitenden Außenwand (2') ein Temperatur-Sensor angeordnet ist.
15. Verfahren zum Herstellen von Glasfasern oder Verformen (Preformen) für Glasfasern, bestehend aus einem Kern und mindestens einem Mantel, mit einem Doppeltiegel nach einem der Ansprüche 1 bis 14, mit den Schritten:
 - Erhitzen von Bismutoxid-Glas für das Kernglas der Glasfaser und das Mantelglas in separaten Goldtiegeln aus einem Gemenge in einem Vorschmelzschritt
 - Bubbeln der Schmelze mit Sauerstoff
 - Umgießen der Schmelzen in den vorgeheizten Doppeltiegel, mit der Schmelze des Kernglases in den Innentiegel und der Schmelze des Mantelglases in den Außentiegel
 - Halten der Schmelzen für eine vorgegebene Zeit auf einer vorgegebenen Temperatur unter Sauerstoff-Bubbling
 - Erhöhen der Temperatur und Läutern der Schmelze mit übergeleitetem Sauerstoff
 - Abtempern der Schmelzen auf die Glas-Ziehtemperatur und

- Ziehen der Glasfaser.

16. Verfahren nach Anspruch 15, bei dem zusätzlich in einem separaten Schritt Mantelrohre aus Bismutoxidglas für die aus dem Doppeltiegel gezogenen Preformen von Glasfasern aus einem Ablauftiegel gezogen werden, wobei das Bismutoxidglas in einem separaten Schritt in einem Goldtiegel mit intensivem Sauerstoffbubbling aus einem Gemenge vorgeschmolzen und in den Ablauftiegel umgegossen wird.
17. Verfahren nach Anspruch 15 oder 16, gekennzeichnet durch die Verwendung von nanoskaligen Rohstoffen in dem Gemenge.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 17, bei dem die Rohstoffe des Gemenges in gleicher Zusammensetzung gemischt und im ersten Schritt unter Bildung einer Vorreaktion gebrannt werden.
19. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 18, mit einer Regelung beim Glasfaserziehen abhängig vom gemessenen Durchmesser der Glasfaser unter Regelung der Ziehgeschwindigkeit mit hoher Zeitkonstante und Regelung der Tiegeltemperatur mit langer Zeitkonstante.

Zusammenfassung

Doppeltiegel für Glas-Ziehverfahren und Verfahren zum Herstellen von Glasfasern mit dem Doppeltiegel

Derartige Doppeltiegel bestehen typischerweise aus einem beheizten Außentiegel (1) und einen vom Außentiegel (1) umgebenen Innentiegel (2), der separat vom Außentiegel (1) beheizbar ausgebildet ist, wobei beide Tiegel (1, 2) eine Austrittsdüse (1a, 2a) für das zu ziehende Glas haben.

Um insbesondere Glasfasern aus Schwermetall-Oxidgläsern (HMO-Glas) mit hoher Qualität und relativ einfachen Mitteln herstellen zu können, sieht die Erfindung vor, daß die Austrittsdüse (2a) des Innentiegels (2) gegenüber der Austrittsdüse (1a) des Außentiegels (1) um ein vorgegebenes Maß hervorragt und die mit dem Glas in Kontakt stehenden Oberflächen der Düsen des Doppeltiegels poliert sind sowie aus einem Material bestehen, die auf Schwermetalloxidgläser in der Schmelze allenfalls gering reduzierend einwirken und die eine ausreichende mechanische Festigkeit und chemische Inertheit gegenüber Schwermetalloxidgläsern haben.

(Fig. 1)

FIG.1

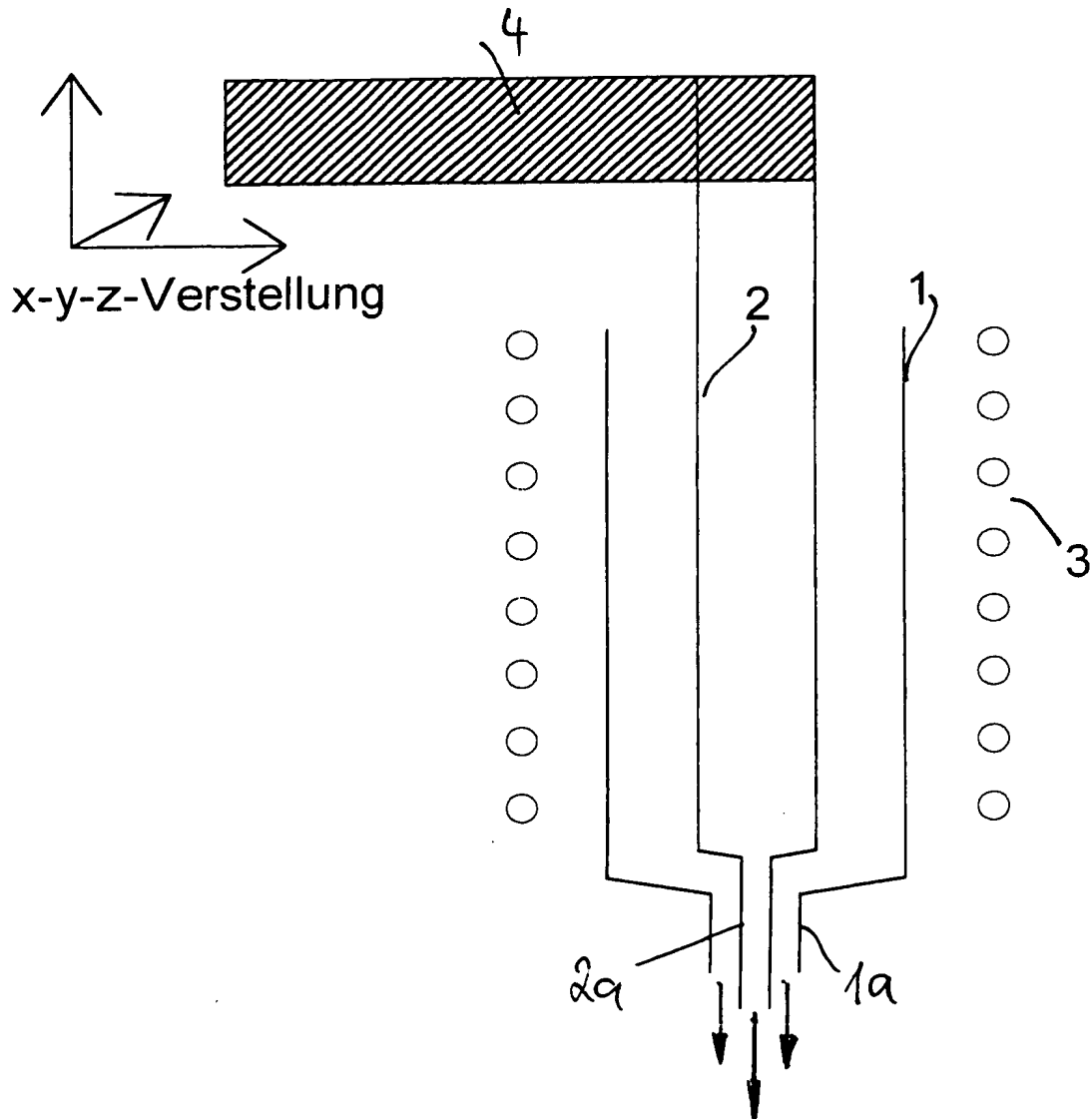


FIG.1

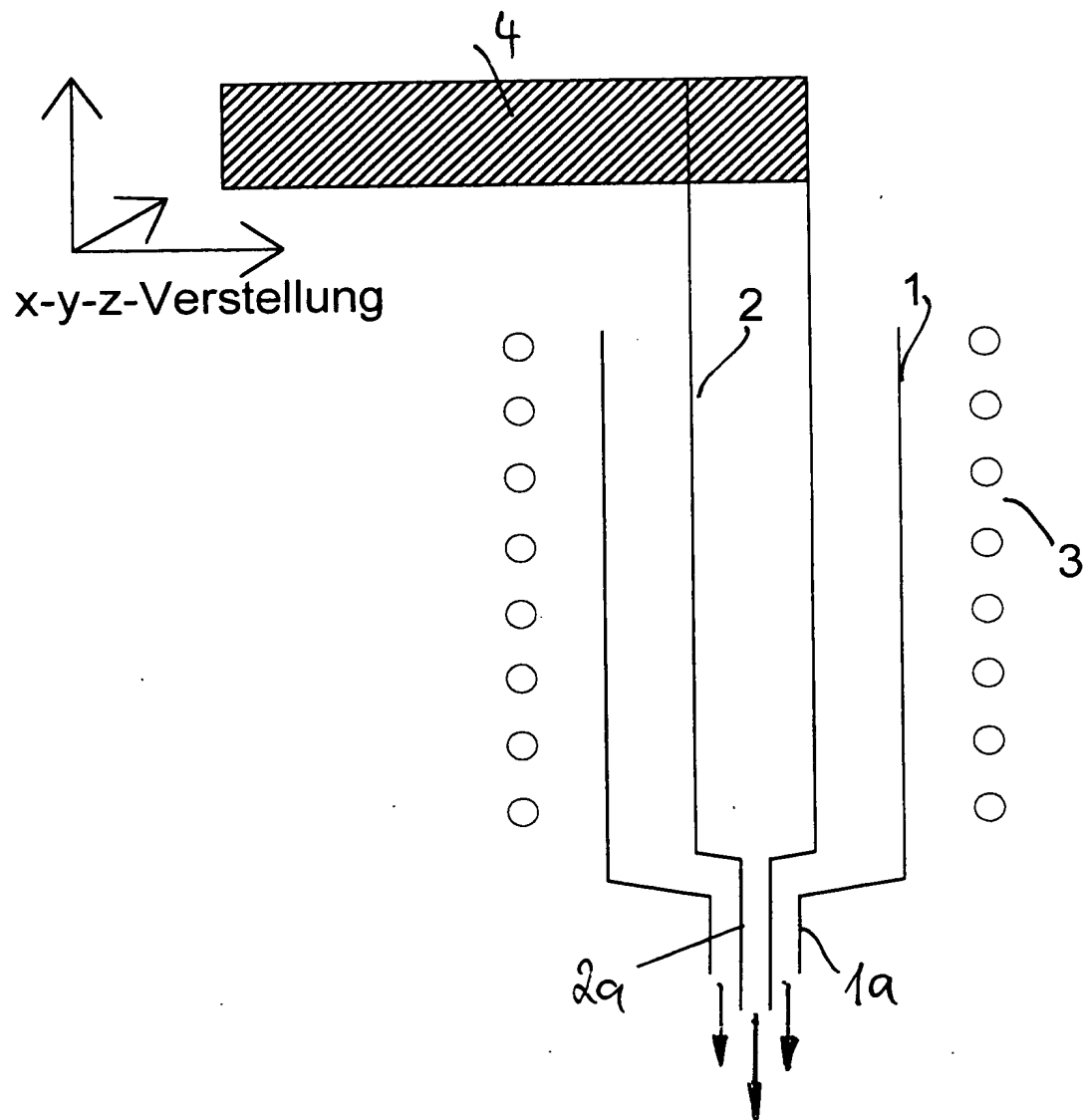


FIG. 2

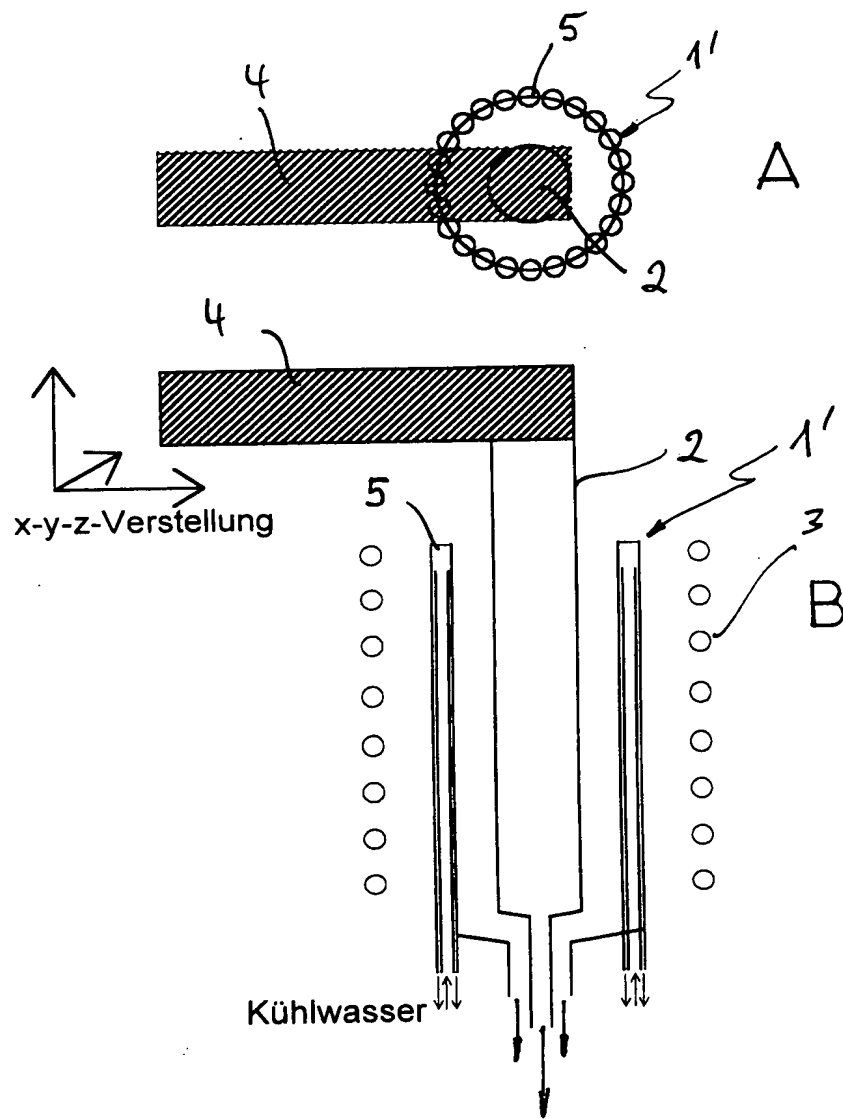


FIG. 3

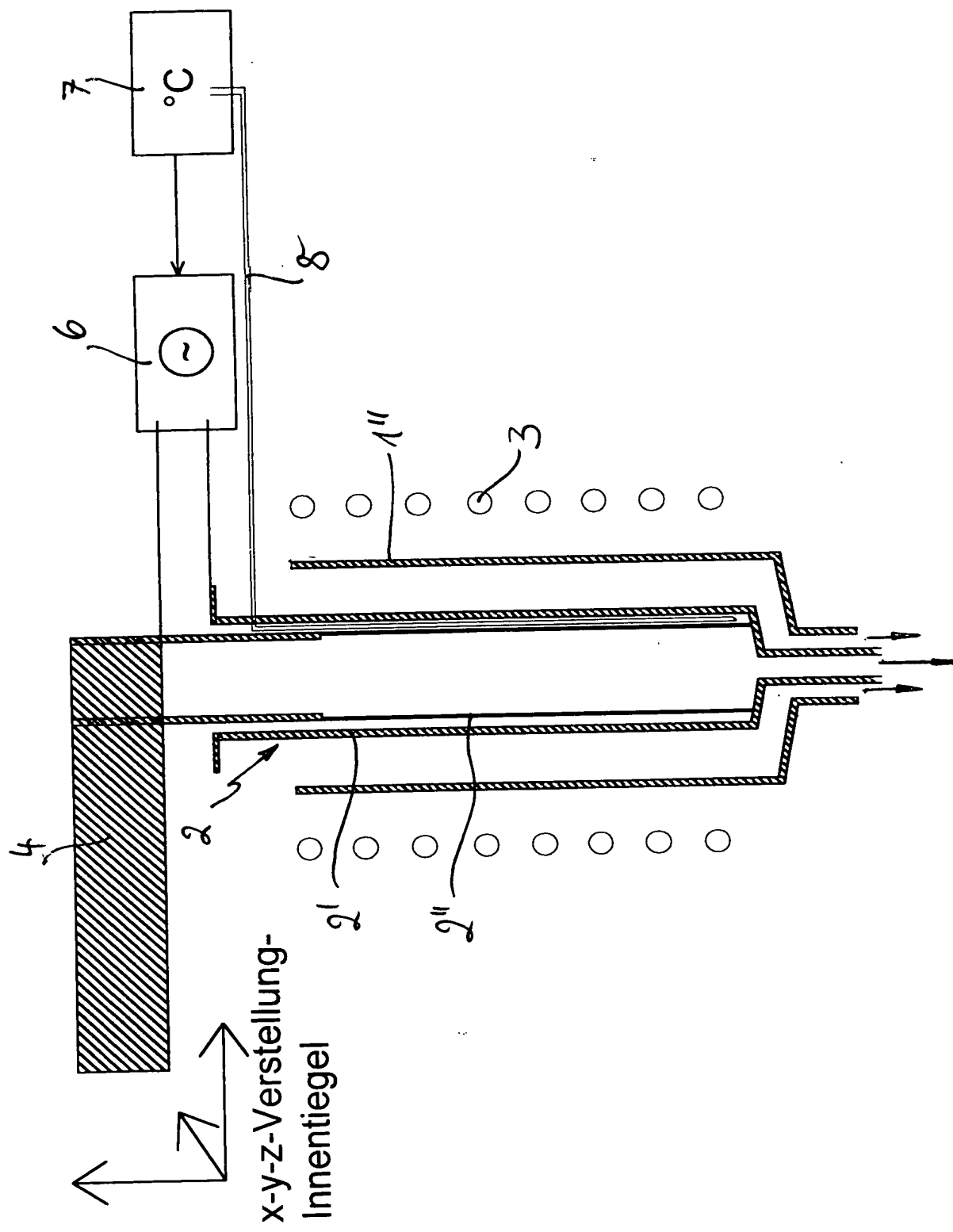


FIG. 4

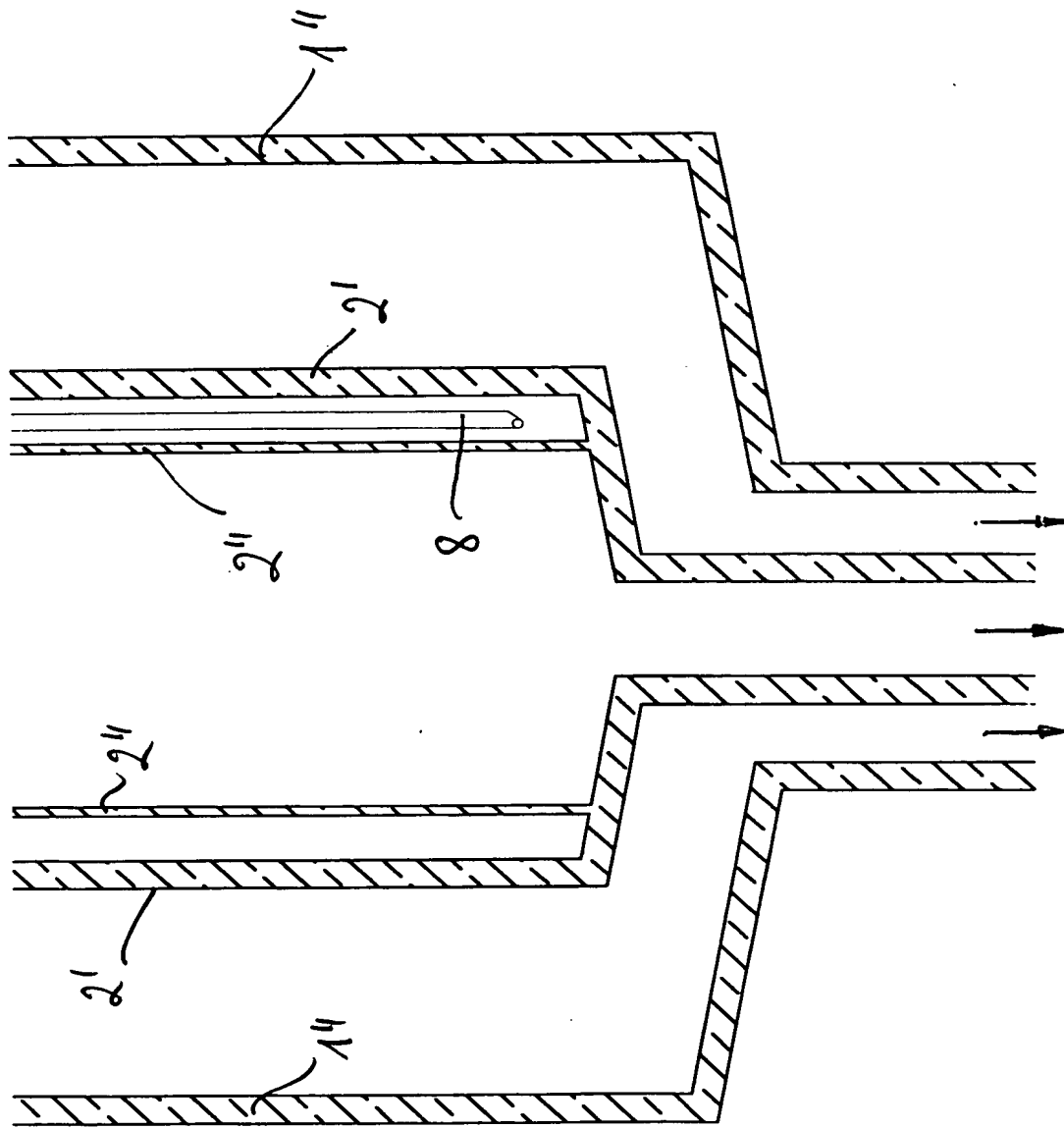


FIG. 5

